## BEST AVAILABLE COPY

## An agent for protection and lubrication of pipe connections particularly pipe thread sections and tubing on which such an agent is applied

Patent number:

JP6510813T

**Publication date:** 

1994-12-01

Inventor:
Applicant:
Classification:

- international:

C10M125/10; C10M169/00; C10M125/00; C10M169/00;

(IPC1-7): C10M169/04; C09K3/10; F16L15/04;

C10M101/02; C10M105/72; C10M125/10; C10M169/04; C10N10/04; C10N10/08; C10N20/00; C10N20/06;

C10N40/04

- european:

C10M125/10; C10M169/00

Application number: JP19920505978T 19920909

Priority number(s): WO1992NO00146 19920909; NO19910003627

19910913

Also published as:

WO9306197 (A GB2274654 (A)

Report a data error he

Abstract not available for JP6510813T Abstract of corresponding document: **GB2274654** 

An agent for protection and lubrication of pipe connections, particularly pipe thread sections on tubing for use in oil and gas wells. This agent comprises a mixture of (a) a grease based component and (b) a solic component free of heavy metal, comprising a material in powder form containing titanium oxide (TiO2-containing material) having a hardness in the range of from about 6 to about 7 mohs.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

## (12) 公表特許公報(A)

(11)特許出願公表番号

特表平6-510813

#### 第3部門第3区分

(43)公表日 平成6年(1994)12月1日

(51) Int.Cl.*	臟別記号	庁内整理番号	FI
C 1 0 M 169/04		9159-4H	
C 0 9 K 3/10	Z	9159-4H	
F16L 15/04	Α	7123 — 3 J	
# (C 1 0 M 169/04			
*01.00			

101:02

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平5-505978 (71)出驥人 ピク、トロン、クル ノルウェー国エヌ-1413 タルナセン。ペ (86) (22) 出願日 平成4年(1992)9月9日 (85)朝訳文提出日 平成6年(1994)3月11日 ステンガ 8 (86)国際出願番号 PCT/NO92/00146 (72)発明者 ピク.トロン,クル (87)国際公開番号 WO93/06197 ノルウェー国エヌ-1413 タルナセン,ペ (87)国際公開日 平成5年(1993)4月1日 ステンガ 8 (31) 優先権主張番号 913627 (74)代理人 弁理士 浅村 皓 (外3名) 1991年9月13日 (32)優先日 (33)優先権主張国 ノールウェー (NO)

最終頁に続く

パイプ結合部、特にパイプねじ部の保護用および潤滑用薬剤、およびこのような薬剤が強布され (54)【発明の名称】 ている管材

#### (57)【要約】

パイプ結合部、特に油井およびガス井に使われる管材 のパイプねじ部の保護および潤滑用の薬剤。この薬剤は (a) グリース基剤成分および (b) 約6~約7モー (moh)の範囲の硬度を有する酸化チタン(TiOz含 有物質) 含有の粉状物質を包含する、重金属を含まない 固体成分との混合物を包含する。

#### 浄書(内容に変更なし) 請求の版图

- 1. パイプ結合部、特に前弁およびガス非に使われる管材のパイプねじ廊の保 権および間滑用の影响において、
- (a)グリース勝利成分、および
- (b) 約5~約7 モー (moh) の範囲の研度を育する酸化チタン (TIO:含有物質) 含有の粉状物質を包含する、重金属を含まない固体成分

との混合物を包含することを特徴とするパイプ結合部の保護および間滑用の薬剤。 2. 成分(a)が、約80~95重量%、特に約90%なる量の石油系スルフ

- 2. 成分(8)が、約80~95重量%、特に約90%なる量の石油系スルフ + ホート、スルフォン酸カルシウムと約5~20重量%、特に10重量%なる量のパラフィン系鉱油との混合物から構成されることを特徴とする請求項1記載の 重和。
- 3. 成分(a)が、「メルカソル630」、つまり、約90~95重量%の石 油系スルフォン酸カルシウムと約5~10重量%の鉱物油から構成されることを 特徴とする請求項1および2配載の薬剤。
- 4. TiO」含有物質が、ルチルから改ることを特徴とする時求項:配敷の薬剤。
- 5. TiO: 命有物質が、 $0\sim40$ 、辞ましくは $0\sim20\mu m$ の範囲の粒子怪を有していることを特徴とする請求項! 紀載の変剤。
- 6. 薬剤が、
- (i) 約80~89、9取量%のグリース基剤、
- (ii) 490.1~20異異%の下iO:合存物質 を包含することを特徴とする結束項(~5配数の薬剤。 7.薬剤が、
- (i) 約97重量%の「メルカソル630」の型のグリース族制。
- (ii)約3重量%のルチル型のTiO。含有物質 を包含することを特徴とする請求項1~6記載の業制。
- 8. 請求項 1 ~ 7 に記載の乗削が、パイプねじ部および/またはその結合部に 使布されていることを特徴とする管材。

じどわじ後種に用いられており、これに加えて、例えば、ねじの上に被せられる 網線開強プラスチック収スリーブなどのような形のわじ原現材も用いられている。 このような保護材は、検査のために取り外すことが必要な場合を除いて、パイプ を現場で使用するときになって初めて取り外すものである。

保存用の業剤は、潤滑用グリースのコンシステンシーを存する物質の形であるが、いろいろな雰囲気に耐える力があり、耐腐食性であり、傷水性であり、耐湿 使性であり、食布、粉燥ともに容易であり、そして環境に練客性でなければならない。通常の手間は、疎パイプを取り付け、使用する前に潤滑用グリースを取り除き、ねじの幾何学的形状と金属学的要求に関する際線および密封性要件を満足させるために新しいねじグリースを原布することである。

従って、今日ではパイプの保存および輸送中の保護として整布する事所と、これとは別にパイプをわじて結合して、これを抽非に除みず作業をする現場で用いる時に長切の薬剤を取り除いた後で飲布する別の探願の薬剤とがある。上記のようにこのような事剤は、性能と耐温度性に関して軽格な響件を満足しなければならない。従って、API(米田石柏協会)では利配薬剤が満足すべき現格を定めている。API公報5A2を参照すると次のように定められている。

- (i) 合わせ時にねじの結合部に利みを生じさせない適当な間俗性。
- (ii) 150℃までの福度で分解または大きな容許変化の傾向がないこと。
- (iii) I 5 0 でもの高い温度でも過度の流動的コンシステンシーを示さないこと。
- (iv) 密封性は、150℃もの高い温度で無機を防止するに十分であること。
- (\*) 有容な不安定性がなく、蒸発したり酸化したりして、おじに使布のペーストの性質を変えてしまう乾燥性薬剤や硬化剤が含まれていないこと。
- (い) 水分吸収に対して耐性があること。
- (vii) 689、5MPaもの高圧でAP!ねじ結合館の層茂を防止するに十分なる。 不済性充場所を含作していること。
- (viii)冷たい天教でもパイプの結合部に容易に窮毛で達布できること。
- (it) おじとシール部で耐酸性であること。
- このようなわじ部に用いる初齢並びに保存用の既知の面前は、いわゆるグリース集相を含むが、その外にケイ素化合物も含んでいることもある。グリース集前

#### 浄書(内容に変更なし)

明 詞 書

パイプ結合部、特にパイプねじ部の保護用および間滑用薬剤、 およびこのような薬剤が進布されている管材。

本出版は、一般に係履用および周滑用に用いられる薬剤に関するが、保存及び パイプ結合部、特にパイプねじ部に関連して特に適用性があり、以下にそのよう な使い方について記載される。本発明は、また前配薬剤が僅布されている管状材料にも関する。

本英制は、オフショア(Offshore) およびオンショア

(Onshore) 両構造層において油とガスとを掘削、適出させることに関して使用することを目的とする管伏材料に使用するのに特に適している。本素剤は、バイブの側の品質に左右されず、管の保管/輸送の限および油/ガス井での使用の際の両状況にすべての種類の管状材料に使用することができるという意味で普遍的な裏剤であるということができる。

油やガスの産出は、オンショア、オフショアともに近年発展しつつある主要な 産業である。採油は、主として大きな国家的または国際的な会社によって行われ ているが、原理的には同じ技術的設計に基づいて運転されている。

機制、採油および生産には、採用する方法に極めて高い要求があり、使用材料 自体にも、その材料の保護、保全、維持にも高度な要件を要求する巨額の投資が 行われる。

底出曲井の畑門およびその完成に至るまでには、いろいろな種類の材料、例えば、炭素無、クロム鋼などのパイプが用いられ、これらのパイプにはすべていろいろな構造のねじ部があり、接付けの際には正確に定義された技術で相互にねじ合わせて結合される。ねじ部は、許容誤差か小さいのでその保護には厳密なやり万が必要である。帰剤用パイプ、外装および管を製造、販売する製鋼所の方では、これらの製品を内外共に保護する方策を取っている。しかし、全ての部品のうち最も大字であり、そして最大の注意が払われているのは、ねじ部の保護である。いろいろな検頭の保存用グリースが内刻と外割の(「ピン婦とボックス端」)ね

は処理値と一緒に用いられる特殊な石鹸基剤の物質から成っている。ケイ素が含まれていると、低温特性が改良され、水で濡れているねじに適用するのに優れた性質が得られる。ケイ素は、ねじ用コンパウンドの密針性や耐視み性を必ずしも改良するものではない。

以前から現在までに使用されている薬剤は、二つの成分範囲、すなわち、(1) グリース差剤部分と(ii) 固体部分から成っている。この種の既知で、現在用いられている変刺の側は、グリース基剤(混合物全量当たり38重角%の量)、粉状のグラファイト、約粉体、亜船樹末および削片(混合物全量当たり54重量%の量)から成るものである。従って後者の三種の固体成分は、黄金属からなることになる(1988年5月31日付け第8版APJ公程6A2(BUL5A2)の外後、管、パイプライン用ねじコンパウンド公程を参照のこと)。環境の保全や浄化に向けて、そして環境汚染の防止の重要性に向けて世の中の関心が善実に特化に向けて、そして環境汚染の防止の重要性に向けて世の中の関心が善実に付明らかである。このような重要なに環境に有寒な影響を与える恐れがあるという事実があるからである。

経利用/生度用パイプのねじ部に重金調金有穀膏ペーストを使用することは、 環境汚染の形在的リスクとなるものであり、さらにはこのような薬剤を取り扱っている者に依険となる恐れがあることは、明白である。

また、グリース基制成分とセラミック部制剤の関体成分とを包含する歯剤も既 知ではある。しかし、この薬剤は、前配薬剤に対して確立されている要件に関し て不適当であることが判明している。

本発明の目的は、パイプのねじ部に使用するに適した保存および履滑の関特性 を有する薬剤、すなわち、保管および輸送時の保存剤として働き、またパイプの ねじ部が結合される時の潤滑剤としても働く両機能を育する薬剤を提供すること である。これは、保存目的には好遊な性質を育しない原知の潤滑剤、および潤滑 剤的性質を育していない既知の保存剤とは対限的である。

本発明の第二の目的は、規制および生産用のパイプのねじ部に使用するに適する保存、局滑かつ耐利み特性を育する薬剤で、育動性で環境に有害な重金属を含むしない原剤を提供することである。

特表平6-510813(3)

さらに、本発明の別の目的は、前途の電気の薬剤で、最小限としては、上紀の API要件を満足する薬剤を提供することである。しかし、付け加えなければな らないことは、発薬な、すなわち改良された耐乳み作用(上記(i)に記載)を得 ることを考慮して、本発明者らの選択では、既存のAPI要件より進かではある が洗脱した値を採用することにしたことである。

従って、本系明によれば、パイプ結合部、特に抽井およびガス非に使われる物 材のバイブねじ部の保護および厨滑用の裏角が提供され、この裏角は、

(a) グリース基刑成分、および

(b) 約6~約7モー (moh) の範囲の硬度を有する酸化チタン (TiO.含 行物質)合行の粉状物質を包含する、重金属を含まない固体成分 の混合物を包含することを特徴とする。

高負荷の条件下で軸受けの腐耗を最小限にするために間滑ゲリース中の添加剤 として固体充壌物を使用することは、既知であると言うことができよう。このよ うな添加剤としては、グラファイト、二硫化モリブデン、アスペスト、タルク、 酸化亜鉛などが単げられる。酸化亜鉛は本発明の薬剤に使用するのは適当ではな いであろう。環境を汚染する作用があるから望ましくないし、健度が不適当であ るからである。

木発明の電剤は、APIの上記仕様(i)~(viii)をすべて満足する。ただし、 耐視み性に関する上記の造脱は例外である。特に注記したいのは、本発明の薬剤 が325℃以上もの高温に耐えることであり、これは域に顕著な特徴である。

本業明によれば、本業明の集制が、上記のように、パイプのねじ部及び/又は パイプの接続部に適用されることを特徴とする管状材料が提供される。

好道なグリース基剤成分(a)は、次の組成:約80~85重量%、特に約8 D %なる量の石油系スルフェネート及びスルフェン酸カルシウムおよび約5~2 0 重風%、特に10 乗電船なる量のパラフィン系鉱油を有する。

- 脱知の影剤と比較して特に有利な点は、本塾明の薬剤は決して乾燥しない(ク ラックが生じない) ということが言えよう。そのお庭で上記のような有利な保存 並びに腐飛特性が得られることになる。

本発明のグリース基剤部分は、溶剤を含んでいないので、これは、本発明の製

「メルカソル630」型のグリース基約約97乗量%と、約6、5モーの硬度を 介しているルチル型の丁iO、含存物質3度量%とを含んでいる。

木亀明の素剤をパイプのねじに用いる時には、前紀粒状能物物質は、パイプが わじてねじ込まれ(結合され)る時、さらに細かい粒径に砕かれるので、パイプ 間に存在していた密封性を損なうことはないであろう。さらにこのねじ込み/籍 合操作の際にはこれらの作業によって研稿作用も働くので、この作用は、ねじを 縄めたりまたは分解する時、つまり、前記パイプを何らかの理由で再び結合を緩 めたりどねじを戻したり(「取り外し」)する時に確認して存利な機能となろう。 従って、上記の粒状鉱物物質は、本発明の製剤に対して単なる充壌剤としての性 質を付けてる以上のものである。

これから明らかになることは、上記の鉱物性、無害性添加剤は、本発明の薬剤 に必要な摩擦特性(結合や分解操作にとって非常に重要)を軟与することに関し て、つまり、このような操作において適用しなければならないトルクに関して極 めて行利な効果を存していることである。上紀の麻痺特性は、パイプの全長が、 例えば、地中や油筋中の振動、機械的衝撃または打禁のような外部応力によって 様んだり、ねじが外れたりするリスクがないようなものでなければならない。

潤滑用ケリース組成物が老化プロセスを経ることは一般的な事柄であるが、前 紀粒状度物性活加剤は、このような老化プロセスを著しく遅延させたり、あるい は防止し、そして上記グリース推制に長期の有利な緊率性を試与するという有利 な特性を有する。実験によって見出されたことによると、本発明の薬剤が集布さ れたパイプがねじで紡合される時、使用トルクは、最期間操棄した後にパイプの ねじを排め外すのに必要なトルクと同じである。前記與験では、本発明の諷刺、 つまり、TiO。含食物質が添加されているグリース基剤に対して以下の結果が

- (a) ねじ部をねじ込む (結合する) のにかかったトルク4.210N・m
  - (3, (0571-F·#ンF)
- (b) ねじ部を続める(取り外す ) のにかかったトルク4、176N・m

(3. 080フィート・ポンド)

品についての環境に有利な性質を強調するものである。

祖成(a)の一部分であるパラフィン系統治は、軟化剤としての機能を育し、 粘度調節剤であり、潤滑剤としての性質を存する。特に好ましいのは、商標「メ ルカソル830」の名で販売されており、前記の種類の成分を含有するグリース 基剤である。より詳しく言えば、「メルカソル630」は、約90~95重量% の着の石油系スルフォン酸のカルシウム塩(例えば、商標SACI200Aを育 する市販品)と、約5~10重隻%の量の粘度調整剤としての鉱油を含有する。

全体的に含えば、グリース基剤は極めて良好な腐食防止作用も有しているもの で、この事実は、本発明の裏剤が、なかんずく、海水中および地下圏中の腐食性 の塩と接触して用いられる環境では相当な重要性を存するのは当然である。

固体成分(b)としては、前述のように、約6~約7モー(moh)の範囲の 硬度を育する酸化チタン(TiO、含有物質)含有物質が用いられる。固体成分 (b) として建酸塩含有色石または鉱物材料、例えば、パイオタイト(『マイク ロマイカ」)を用いることも可能であると言えるが、これを用いると、最終コン パウンド製品が管材料の金属に対して軋み性を与えるリスクが大きくなるので、 全てのパイプ寸法に対して好ましいとは言えない。

明らかとなるように、本発明の固体成分(b)は重金属を含有していないので、 従って環境部門の今日の要件を満足している(パリ委員会(PARCOM)ガイ ドライン)。

TiO。含有物質は、純粋なTiO。または天然竜のルチル形から成ることが 好ましい。さらに、0~40マイクロメーター(μm)の範囲の餃子径で用いら れるのか好ましく、最も好ましくは0~20マイクロメーターの範囲であり、約 6~約7モーの範囲の硬度を育していることである。

本発明が使用されるねじを育する実際のパイプに用いられる網種は約5.5モ ー程度の硬度を有する。約6~約7モーの範囲の硬度を有しているTiO。含有 物質を用いると、本発明の黄痢中のこの固体成分は、銅に対して上記に示された。 値(これは、絶対的な要件であることは勿論である)以下になろう。

本発明の薬剤の一態様では、グリース基剤約80~99. 9重量%とTiO。 含有物質約0、1-20重量%とを包含している。本発明の特に好ましい薬剤は、

#### つまり、菜の%は: 0. 81%

従って、ねじ餌を取り外す/緩める(取り離す)のにかかったトルクは、統合 する際に用いられたトルクと蜘蛛間じである。

上記の実験並びに以下に記載の実験においてはすべて「メルカソル630」約 97重量がと、約6.5モーの硬度を有しているTiO。3重量がとを含有する

使用統物性添加物が老化プロセスに如何に介利な作用を、つまりそれを防止す るかを示すために、グリース基剤を単独に用いて、つまり鉱物の活加を行わずに

- (a) ねじ部をねじ込む (結合する) のにかかったトルク5, 667N・m (4, 180フィート・ポンド)
- (b) ねじ部を緩める (取り外す) のにかかったトルク2.278N・m (1, G80フィート・ポンド)

#### つまり、差の%は:59.8 %

従って、ねじ部を取り外すのにかかるトルクは、総合するのに蚊べて相当に低 いので、このために、前記のように、パイプ長さの自己級脱またはねじ継みを起 こさせる恐れがあることになる。実際では、結合時と緩脱時とのトルク差は許容 網差士10%の原謝でなければならない。

総括すると、以上の結果が明確化させ得たことは、前記のTiO:含有物質を 含む本発明の裏剤が、以下の有料な効果を提供することである。すなわち、

- (i) 環境的に好ましい特性を有する。つまり、環境汚染作用がない。
- (日) パイプのねじ部をねじ込んだり、ねじを緩めて取り外したりする時研算 作用がある。つまり、有利な腐腐特性がある。
- (iii) 保存能力を向上させる性質に寄与する。
- 結合時と取り外し時との許容差が極めて小さくなければならないという 要件を満足する。
- (v) 既知の 使用されている事故に比較して費用を抑動である。保存用と特 作用の両用途に使え、その上品質が改良されているので点検の頻度が少

なくなるからである。

 (vi) API RP 7AIによって創定される摩擦係数は1.03(ロータ リー・ショルダーコネクション(rotary shoulderd connections)に対 して)。

本発明の復居は、上配のように、貯蔵中にも輸送中の状況にも、さらに結弁およびガス非での運転条件下にも適用出来るので、比較は、グリース基剤(A) 「メルカフル 6 3 0」と本発明の選剤(B) との間で行った。グリース基剤(A)は、本発明の選剤の成分として使用され、これは、今までのところ単独でも、(つまり、鉱物性物質の添加無しで) 初配貯蔵および輸送状況下に用いられている。

以下の表には本発明の薬剤を他の適当な既知の薬剤と比較して用いて得たデータを示す。これらのデータは実験室での試験から得たものである。

#### 费」

#### 度食試験

ASTM 117B, ISO 7253. 1984に従って塩水吸霧試験を行った。本発明の餌解は、最小SIS (スウェーデン規格) SA2. 5にサンドプラストした顕版に厚き15~200μmで使布した。

<b>1</b> 33	0時間	3 0 0 1 時間	600時間
A	Ri 0	Rio	Ri4
			(20 µm)
В	Ri O	Ri0	R i 0. 5
			(20 µm)

A = グリース基制単独

B = 本発明の案制

Ri= 腐食程度を示す工業規格

0 = 値なし

成分を含有する製品Bには不安定性が促められない。鉱物堕爛付与成分か、腐食 と塩度に関してその耐性と安定性を向上させることは奪く程である。

以下の参4には、API公報5A2に配載のAPI要件と本発明高前の性質を 注較するために行われた実験室試験から得られた試験結果を示す。試験は次のA PI仕様に一致するように行われた。該仕様とは、次の通りである。

- 1. 薬剤の金属への浸透 (ASTM D 2 | 7)
  - (a) 25℃で未使用/使用

(NLGI\*TU-FNo. 1)

(b) -17、8°Cでの治却接

\*NLGI=国立前滑用グリース協会

(National Lubricating Grease Institute, 4638 1. C. Nichots

Parkway, Kansas City 12. Nissouri, USA)

この試験は、薬剤のねじの上におけるコンシステンシーを測定するものであ

2. メトラー存下点 (ASTM D 566)

この試験は、薬剤が落下する温度を測定するものである。

3、 燕先、%、 1 0 0 ℃で 2 4 時間

この試験は、静的条件下で100℃で重制からの揮発性物質のロスを測定するものである。

4. 補分離、%、6.5. 6℃で24時間

この試験は、即的条件下で 6.5、6.7にで分離する裏剤の傾向を測定するものである。

5、水の緑田、65、6℃で2時間

この試験は、水に打たれた時の薬剤の抵抗性を測定することに関する。

6. ガスの発生、6.5.6℃

この試験は、裏剤が発生するガスを測定するものである。

7. 刷毛性、17. 8°C

(a) プリストル (Bristle) 毛及42mm

(b) プリストル (Bristle) 毛長25mm

表 2

<b>12</b> 86	1000	200℃	300℃	
A	政师	度好	良好	
В	及好	良好	连好	
		(	3 2 5 で以上でも)	,

#### 表 3

製品Aと製品Bとの比較

_						
N	品	堪水喷霧	耐熱性	コンシス	ねじ	600
		6 O Q	1 時間	テンシー	への	時間進
		等間	250 °C		维布	水噴霧
						後外観
— А		2	ок	1	容易	2

#### 1 = 最優秀、 2 = 最劣等

#### 試験条件:

维水喷露:

ASTM 1178. ISO 7253, 1982

耐熱性

- 44 L 0 mm、厚さ 2 mmの素解片をオープンに 1 時間摂底に掛ける。

コンシステンシー/歯布:

主観試験:外観の目視

紡論:

製品 B (本発明の東解) は、製品 A (グリース 萬斛単独) より絵括的に優れた 結果を示す。 両製品とも構めて優れた耐熱性と使が性を提供する。 鉱物療療付与

(c)ブリストル(Bristle)毛及I5mm この試験は、刷毛を用いてねじの上に変剤を効果的に僅而できるかどうかを 制定することに関する。

#### 長 4

X \$\$	本発明の裏剤	API仕様
1. 浸透		
(a)	3 1 4 / 3   9	310/340
(b)	1 3 4	200 (難小)
2. 推下点	. °C > 3 0 0	88℃ (長底)
3. 燕兔。	96. 0. 3	2 (最大)
4. 触分解	. %. 1, 0	5 (最大)
5. 水の浸	IE 3. I	5 (最大)
3. <b>ガスの</b>	<b>是生</b>	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
63. 6°C	cm <sup>3</sup> 3, 4 cm <sup>3</sup>	20 (最大)
,即毛性		
(a)	適用外	適用可
<b>(b)</b>	適用可	建用可
(c)	適用可	適用可

これらの特集は、本晃明が作剤な特性を育していることを示すものである。従って、これらは、本晃明の東南が重金属を含んでいないという事実の観点から評価されねばならない。

以下に程的するのは、本発明の素剤と限知の薬剤とを野外試験で実験や試験を 行って得られた結果である。これらの試験は、ウェーザーフォードマシン

(Weather-ford machine) を用いて、ノルウェーのフロロ(Flore) にあるスタト イル系地(Statoil's base)で行われた。試験温度は12~14℃、相対湿度は約 7.0%で、天気は晴れであった。

目的は、本発明の薬剤(鉛、類、亜鉛などのような食金属を含まないが、それ でもAPI公報5A2に要求される基準を維持している)を試験し、この概例と 既知の果剤(開金属を含むものと含まないもの)とを比較することであった。本 発明の集制については、表1~表4に示されるように、試験を行い、代表的な理 類のねじ部用グリースとの比較を行った。保存用と選転用の両用途について行わ れたが、特に保存用に関しては次の項目に比重を置いた。すなわち、

- 前触性
- 耐熱性 2)
- 潤滑作用 3)
- 4) 水湿换性
- 5) 耐温度性
- 统形符性 6)
- 削減特性
- 環境への無害性

これらの項目に加えて操作(結合と取外しの飼状況)に関連して最も重要な段 子、すなわち、

- 耐化み作用
- 10) 重金属不添加状態での非乾燥作用

納合時 取外時

がある。

本発明の薬剤は、上紀の項目()~8)に関しては育利なものであることが、 試験の金てにおいて示された。従って、項目 8)~11)について本発明の製品 と、既知の、野外のリグ(rig)を用いた試験の助けを借りて通常使われてい る薬剤とを比較し、ねじ締めとねじ緩め(結合と取り外し)との間のトルク関係

を定めることは興味あることであった。

基本的には、二種の品質の類、すなわち、

- 炭素綱 (L~80, N~80およびK~56)
- クロム鋼(最も普通には13%クロム)

を用いた。

異なる関材寸法、関品質並びに異なるねじ種類を育するパイプは全て一定のト ルクカ (フィート・ポンド単位で制定) でねじ締めを行った。

この試験では以下の種類のねじ用グリースを用いてその摩擦力形成作用と間滑 作用について試験を行なった。

製品A 本発明の薬剤(重金属の影加なし。しかし鉱物成分(b)は含有するも စာ)

製品B AP 1 等節間滑シール、液体ーO~リング、重金膜入り(双知の薬剤) 製品C 液体-0-リング104、テフロン基剤、重金属入り(既知の裏剤) パイプ寸法については以下のものを用いた。

#### 試験 1

5 1/2"-L炭素網-BDSねじ

5 1/2'~13CR-13%クロム第一BDSねじ (マンネスマン社製のね じ押り

#### 試験 2

13 3/8"-N80検索帽-のこ婚ねじ、普通ねじ階級13 3/8"以上 **政策** 3

20~~K55炭素刷~大オメガねじ、ねじ種径16~以上、マンネスマン社製 試験 4

2.6 ″ーK 5.5 炭素鋼ー大オメガねじ、ねじ種優 1.6 ″以上、マンネスマン社塾

#### 試験!

ウェーザーフォードマシン:油圧パック機~フォスター(Poster) No. 78で行なった。 最小

トルク

最大

トルク

67

顶傷

2

						-
N	· m (	m - 1	H ·m	N - m	N -m	N·m
(71-	+ <del>(</del> 2F)(7	(1 K# 1-1	ひにト かわく	71-1 <b>4</b> 7F)(	(フィート ギンド)	(74-F #7F)
1.1.)					· ·	
5 1/2"-L80-8DS	6494		5396	6806		
製品 A 約20g	(4790)	none	(3980)	(5020)	none	лопе
1.2.)						
5 1/2~-L80-BDS	6562		5396	6806		
製品 B 約 25 g	(1840)	поле	(3980)	(5020)	nose	none
1.3.)						
5 1/2"-13CR-BDS	6847		6481	10874		
製品 A 約 20 g	(5050)	none	(4780)	(8020)	none	none
1.4.)						
5 1/2~-13CR-BDS	8067		6481	81G2		
製品 8 約 25 g	(5950)	none	(4780)	(6020)	none	none

f-MのフェスターNo. 7.9型のマシンは次の機械要素を存する。すなわち、

- (i) 手動のリリース (可要トルク効果を抑ることができる)
- (ii) 取り外しの際の統みに関しては内蔵コンピュータまたは斜御器はなし
- (111) ダイアグラム統み(立ち上げ時の原旗特性を良好に指示する)
- ねじの状態はすべて試験後振めて良好であることが示された。
- 13CRスリーブ、内部ねじ部(結合部)に何めっきを施した。本発明の薬剤 を使用した時、シールの裏面、外部ねじ部(ピン場)に網の円塊状の外被が目視 て観察できたが、これは金属=金属間のシールを明白に示すものである(試験に とって京要である)。

以下の寸法を以下の試験2、試験3、および試験4で用いた。

- 13 3/8" 旧パブジョイントリリース、約52、647N・m(88、83 0 フィート・ポンド) 一洗炒(旧)
- 20-旧パプジョイントリリース、約104、193N·m(76、8 5 0 フィート・ポンド) 一选浄(旧)
- 個パプジョイントリリース、約99、110N·m (78、11 26 0 フィート・ポンド) - 洗浄(阳)

油圧パワーユニットウェーザーフォードマシンCAM-F-28No.01を用 しった。

**試験** 2

结合特	取外時	最小	最大	損傷	債傷
		トルク	トルク	ПÜ	徒
N · m	N - m	H ·m	N·m	н п	N ·m
() (-) F2F)	(71-1 #25)	(71-F #XF)	(71-1 #21)	(71-H #VF	)(7(-1-EVF)

2.1.)					
		11335/			
13 3/8"-N-80-		(5)17			
のこ供ねじ 15497	15592	(8360/	18900		
製品 A 均 50 g(11430)	(11500)	11150)	(13940)	none	none
2. 2. )					
		11335/			
13 3/8"N-80-		15117			
のこ飾ねじ 14819	16161	(8360/	18900		
製品 8 約 75 g(10930)	(11920)	11150)	(13940)	None	none

- 試験2、1、結合時と取り外し時の間の関係に満足な関係が得られた。振めて類 似なもの。
- 試験 2、 2、 僅かに高いトルク。 偏差なし。 援めて類似なもの。 製品Bの量は、 わ50%、50から75 gへと増加した。これが高いトルクの理由 かもしれない。

両試験において三角マークまで9、300Psi/ftでねじ師を回し、これを、精 合時と取り外し時の許容偏差を三角マークから類似なものに合わせるために約1 4、778~15、456N·m (10、800~11、400フィート・ポン F) まて続けた。 (三角マークは、これ以上越えないというパイプの接触点であ

わじ川グリースの畳は正師ではない。試験4、1、)では約175~200g の範囲で、試験 4、 2、 )では約2 0 0 gである。試験 4、 2、 )での結合の場 合と取り外しの場合との間の大きな偏差の理由は不明である。しかし、三角マー クは、等しい結合時トルクを選成するためには許容値内で約3mm越えた。他では、 試験4、1、) ては差の%は+3%で、試験4、2、) では-27%である。 試験1~試験4の結論

本葉明の薬剤は、製品Bおよび製品Cに比較して作業性のよいコンシステンシ ーを示した。それは単純で、容易で、かつ均一な使布ができる。その上、特に製 品Aに対しては、結合部の取り外しが衝めて容易、つまり両滑作用が良好であっ た。均一な使布かできるので、制御された使用ができた。色が白なので、基板の 表頭や不純物に対して側御することが容易であった。ねじ用グリースの洗浄一除 去は、製品Cおよび製品Dより製品Aの方が少し容易であった。製品Aは、製品 Bおよび製品Cと比べて、特定の網品質、寸法、および使用ねじの機関によらな いという使用性質があるように見える。試験では負の結果が出なかったからであ S.

以上の各種試験が示すところは、製品A(本発明の裏剤)が、優れた保存特性 に加えて、運転状況に対応しても非常に優れた強力な資質を作している。つまり これは、保存用としても運転状況への使用に対しても採用の集制であるというこ とてある。このような兼用性を育する効果は既知の製品Bおよび製品Cでは得ら れていない。

本発明の典型的な製剤は、次のデータを有する。

- 溶析
- 11 L til.
- Gir 鬼魚原 GHD 💇
  - Ė
- 粘度ブルスけん。 7200-9000 mPas/4-x1 (iv) 1100 kg/m<sup>3</sup>
- (v)
- CVIT 乾燥食器、重量%
- (vii) 乾燥含量、容量% > 99
- (viii) 砂锅時間
- 非乾燥フィルム

> 99

#### StM 3

結合時	取外時	春小	最大	損傷	損傷
		トルク	トルク	44	鉄
N · m	N · m	N ·	N · m	N -m	N · m
(フィート ボンドン	(フィート ポット)	(フィート ポンド)	(フィート モンド)	(フィート ポンド)	(71-F #YF)

3. 1. )						
20~-K55-大110	14697	14684	19659	23727		
製品 A 約100	g(10840)	(10830)	(14500)	(17500)	none	поле
3. 2. )						
20~-K55-大1/8	14751	12270	19659	23727	•	
製品 C 約125	g(10880)	(9050)	(14500)	(17500)	none	none

試験 3. 1 箱合の場合と取り外しの場合との間の関係に個差なし。

粒合の場合と取り外しの場合との間に食の偏差約17%あり。取 り外し時に係めて低いので、不満足。

#### 試験 4

結合時	胶外腺	配小	最大	担傷	損傷
		トルク	トルク	柳	後
N - to	N ·ms	N · m	N · m	N - m	N-m
(フィート ポッド)	(フィート ポンド)	(7 <i>c</i> -} #yF)	(フィート ポッド)	(71-1 EVF)	(71-1 471)

4, 1, )						
26"-K55-大1/4	39834	40742	25701	29828		
<b>製</b> 器 4	(29380)	(30050)	(19000)	(22000)	none	none
4. 2. 1						
26~-K55-大t4が	10010	28354	25701	29828		
Mtt. C	(29510)	(21650)	(19000)	(22000)	none	попе

(ix) 円能浸透25℃ 314 /319 (T)

寒性 無害

(tiz) 耐态热性 >325 °C

(落下点)

本発明の薬剤をオフショア用に使用するには、この薬剤は、環境の安全に関連 する目的に対して規制者側が確立した特定の要件を満足させねばならない。 従っ て、この薬剤についてはSINTEF(ノルウェー)で次のような生態食物楽試 映を行なう(PARCOMガイドラインによる)。

(a) 植物性プランクトン

(3741:-7 37794(Skeletonems coctstum))

(b) ブルーマッセル( むらさき負) 試験

(ithix ationa (Mytilus edulis))

(c) えぼし貝試験

(N5+2 (VTOE+X(Balanus improvisus))

本薬剤は、化学果剤の試験のためにOECDガイドラインNo. 117に従い ノルウェーのアクワティーム (λquateam)A/Sにおいて、

(d) ハイナアチュミュレーション (Bioaccumulation) 試験にも掛けられた。

これらの試験(a)~(d)の結果、本集剤が、PARCOMガイドラインに従っ て確立された使用要件を満足することが示された。

#### 補正費の写し(翻訳文)提出書 (MPMMX1849608)

## 6 ♥ 3 A 11 B

1. 特許出籍の表示 PCT/HO+2/00146

2. 発明の名件

パイプ組合部、特にパイプねじ部の保護および関係用の 無深として、める場合物の使用、及びこのような要料が 依存される官材

3、特許出罪人

住所(店所) ノルウェー関エヌ ー 1413 タルナセン、ペステンガ 8

氏名(名称) ピク、トロン、クル

4. 代 珥 人

月 所 〒100東京都千代田区大手町二丁目2巻1号 新 大 手 町 ピ ル ヂ ン グ 331 電 - 結 (3211) 3651 (代義)

庄 - 5 (6669) <del>(52</del> 十寸

5 補正事の提出年月日 1993 年 10 月 29 日

6、波付要勢の目録 補正者の写し(翻釈文) 11



また、グリース基利成分とセラミック添加料の固体成分とを包含する温剤も既知ではある。しかし、この素剤は、前配温剤に対して確立されている要件に関して不適当であることが料明している。

本発明の目的は、パイプのねじ即に使用するに適した保存および間滑の両特性 を有する薬剤、すなわち、保管および輸送時の保存剤として働き、またパイプの ねじ部が結合される時の間滑剤としても動く両機能を育する薬剤を提供すること である。これは、保存目的には好適な性質を育しない既知の潤滑剤、および間滑 剤的性質を育していない既知の保存剤とは対照的である。

本発明の第二の目的は、傾倒および生産用のパイプのねじ部に使用するに適す る保存、潤滑かつ耐乳み特性を存する薬剤で、育毒性で環境に有害な食金属を含 育しない薬剤を提供することである。

さらに、本発明の別の目的は、前述の種類の薬剤で、最小優としては、上記の API製作を適足する薬剤を提供することである。しかし、付け加えなければな らないことは、最適な、すなわち改良された則視み作用(上配(i)に記載)を 得ることを考慮して、本発明者らの選択では、既存のAPI製件より値かではあ るが透脱した値を採用することにしたことである。

従って、本発明によれば、(a) 石油系スルフォネート、カルシウムのスルフォン酸塩およびパラフィン系鉱油(量は、石油系とカルシウムのスルフォン酸塩が約80~85 重量%、特に約90%で、パラフィン系鉱油が約5~20重量%、特に10重量%)の配合物を包含するグリース基剤成分と(b)約6~約7モー(moh)の配原の硬度を育する酸化チタン(TiO。含存物質)含存の粉状物質を包含する、星金属を含まない固体成分との混合物を、パイプ結合部、特に抽作およびガス排に使用される配告のパイプねじ船の保存および調片関用の変剤として用いることが提供される。

高負荷の条件下で軸受けの腐耗を最小限にするために商権がリース中の添加利として関体充填材を使用することは、既知であると書うことができよう。このような添加材としては、グラファイト、二硫化モリブデン、アスペスト、タルク、酸化亜鉛などが挙げられる。酸化亜鉛は本発明の業剤に使用するのは適当ではないであるう。環境を汚染する作用があるから望ましくないし、硬度が不適当であ

## 特表平6-510813(ア)

浄書(内容に変更なし)

パイプ結合部、特にパイプわじ部の保積および局滑和の運剤として、 ある混合物の使用、及びこのような裏剤が塗布される管轄。

本発明は、一般に保護用および和浄用面相として、ある配合物を使用する仕方に関するが、パイプ結合部、特にパイプねじ部を保護および使用することに関連して特に適用性があり、以下にそのような使い方を配散する。本発明はまたこのような使い方が行われる客に関する。以下の配数においては、「本使用仕方」という連絡は、「関示の配合物を本処明に従って使用すること」を意味するものと理解するものとする。

本使用仕方は、オフショア(OIIshore)およびオンショア

(Onshore) 阿根道僧において加とガスとを類例、虚心させることに関して使用するとを目的とする管状材料に使用するのに特に適している。本使用仕方は、パイプの病の品質に左右されず、管の係等/輸送の原および加/ガス非での使用の際の四状況にすべての理筋の管状材料に使用することができるという意味で普遍的な使い力であるということができよう。

肺やガスの廃出は、オンショア、オフショアともに近年発展しつつある主要な 夜飛である。採油は、主として大きな国家的または国際的な会社によって行われ ているが、原理的には同じ技術的設計に基づいて運転されている。

機制、採納および生産には、係めて高度な方比を使用する必要があり、使用材料自体にも、その材料の保護、保存、維持にも高度な仕様を要求する巨額の投資が行われる。

底出胎弁の傾向およびその完成に至るまでには、いろいろな種類の材料、例え は、炭素鋼、クロム側などのパイプが用いられ、これらのパイプにはすべて…

るからてある。

本発明の截削は、APIの上記仕様(i)~(viii)をすべて満足する。 ただし、耐机み性に関する上配の逸锐は例外である。特に注配したいのは、本発 明の歯剤が325で以上もの高温に耐えることであり、これは誠に観響な特徴で ある。

本発明によれば、本発明の面割が、上起のように、パイプのねじ部及び/又は パイプの接続部に適用されることを特徴とする管状材料が提供される。

好適なグリース基別成分(a)は、次の組成、すなわち、約80~85重量%、 特に約80%はる量の石油系スルフォネートとカルシウムのスルフォン酸塩および約5~20重異%、特に10重量%なる量のパラフィン系鉱油とを有する。

既知の薬剤と比較して特に有利な点は、本発明の薬剤は決して乾燥しない(ク ラックが生じない)ということが言えよう。そのお陰で上記のような有利な保存 並びに最滑物性が得られることになる。

本発明のグリース基制部分は、溶剤を含んでいないので、これは、本発明の製品についての環境に有利な性質を強調するものである。

相成(a)の一部分であるパラフィン系鉱商は、軟化剤としての機能を育し、 粘度調節剤であり、固滑剤としての性質を育する。特に好ましいのは、筋関「メ ルカソル 8 3 0」の名で販売されており、前配の種類の成分を含育するゲリース 券剤である。より群しく言えは、「メルカソル 6 3 0」は、約 9 0 ~ 8 5 重量粉 の量の石油系スルフォン酸のカルシウム塩(例えば、関係SAC 1 2 0 0 Aを育 する市販品)と、約5~1 0 重量%の量の粘度調整剤としての鉱油を含育する。

全体的に言えば、グリース基制は係めて良好な腐食防止作用も有しているもの で、この事実は、本塾明の屋利が、なかんずく、海水中および地下層中の腐食性 の塩と接触して用いられる環境では相当な重要性を育するのは当然である。

個体成分(b)としてシリケート含有岩石または鉱物材料、例えば、パイオタイト(「マイクロマイカ」)を用いることも可能であると言えるが、これを用いると、最終コンパウンド製品が管材料の金属に対して軋み性を与えるリスクが大きくなるので、全てのパイプ製品に対して好ましいとは言えない。

#### 特表平6-510813(8)

#### 請求の範囲

1. パイプ結合部、特に抽弁およびガス井に使われる管材のパイプねじ部の保 権および商権用の薬剤として、(a) 石油系スルフォン酸カルシウムとパラフィ ン系鉱油との混合物、つまり、約80~95重菌%、特に約90%なる量の石油 系スルフォネート、スルフォン酸カルシウム、および約5~20重量%、特に1 0 重量%なる量のパラフィン系鉱油から構成されるグリース基剤成分、および (b) 約6~約7モー(moh)の範囲の硬度を有する酸化チタン(TiO。含 行物質)含存の衍状物質を包含する、重金属を含まない固体成分の混合物の使用。

2. 成分(a)が、「メルカソル630」、つまり、約80~95重量%の石 油茶スルフォン酸カルシウムと約5~10重量%の鉱物油から構成されることを 特徴とする請求項(記載の使用。

- 3. TIO。含有物質が、ルチルから成ることを特徴とする助求項 | 記載の使
- ・4. TiO。含有物質が、0~40、好ましくは0~20μmの範囲の粒子基 を有していることを特徴とする請求項1記載の使用。
- 5. 前記混合物が、約80~99、9責量%のグリース務補、および約0. L ~20重量%の丁iO。含有物質を包含することを特徴とする請求項!~4配數
- 6. 前紀混合物が、約87重量%の「メルカソル630」の型のグリース基剤、 および約3重量%のルチル型のTiO。含有物質を包含することを特価とする時 水取5 紀載の使用。
- 7、請求項1~8に用いられる臨刑が、パイプねじ部および/またはその結合 部に使布されていることを特徴とする管材。

## 補 正 書(自発)

特种疗质容融

1. 事件の表示 年成日年3月1日報出の特許額 アCT/NOB2/00146

2、免用の名称

3. WEETS#

事件との配番 特許出職人

氏名(名巻) ピク・トロン・クル

4. 代 度 人

- 6、 補正により申加する請求期の額
- 明確を、意求の範囲及び援約者額象文

8、 補正の四容 WMOZEN 明細書、筒水の発因及び姿的書館祭文の神書(内容に支援なし)



#### 続 補 正 存 (自発)

**₽**26 **₽**4 # 2 6 B

物件/宁选官殿

1、事件の表示

パイプ総合部、特にパイプねじ部の確認力とび間隔層の 最初として、ある成合物の使用、及びこのような専剤が 放布される管材

3. WEE+ 6.0

事件との関係 時許出職人

氏名(名称) ピク・トロン・クル

4. 化 堰 人

- 5、親正命令の日付
- 6、雑正により増加する額水域の数
- 7、相正の対象 領正費の無例文



8、41王の内容 別紙のとおり **旭正告の数択文の声音(内容に変要なし)** 

重		24	查	4	
---	--	----	---	---	--

. . . .

			normaniana apadembar na PCT.	/HO 92/001+6
		OF BUBICT MATTER (It nevers) pro-oil		
1905:	C 10 M	125/10		
n. Pitte	A SLAP OF	SD Minimum Dissumer	allo frintel	
C1 ers ;	3		SEEDHILOMON Sympus	
I PCS		C 10 M		
		to the British day over December	des Pielese Guermania en Milese le Platé Barrines	
SE,OK,	F1,80 c	lasses as above		
		HIS HOUR ED TO ME RELEVANT?		
Court-out .		an of Garacters, and temperature process and		
-	(World i(HITAC contg	; Informaton Services, fill   Fatent Index  Dialog acc:  XI (TD), "Conductive lubr   mineral oil, was, GPV or !   te and metal oxides", JP     7418	ssion no. 001160030.	1,4
¥		•••		2-3,5-B
٧	) 26	, 0382441 (STAUFFER CHENI) Hey 1986, He the abstract	CAL COMPANY)	: 2-3,5-8
				į.
	ļ			:
	:			:
				:
	1			
		her of cited dynamore; "P ring the general state of the ort wilder is not be of profession relevants.	. arminingerin	
. W	-	ned bud gatilizhen oa er after the saternational	terrer er er er er er er	th the piritary states.
		A CONTRACTOR OF STREET, STREET	"Ye described of performing regions of the property of the property of the performance of	to me claimed investor
		erring to an army discoveryon, well, unhightion or instead print 19 the improvestance Wing date bu- printers that believed		
	dica low		. D. Services Games of American	POLANI LININA
-	4 44444 64	maintain of the International Belline	BIG IS WESTING OF THE SPECIAL PROPERTY.	
	ecember		2 2 -12- 100	?
	ingi Sarrita		Experient of Assumbad Cities	
	SWET	MISH PATENT OFFICE	Anita Steppstadt	<del></del>

#### 国界简查幅告

PCT/NO 92/00146

#### This series from the potent parties proving a decision to payor provinces altest to the bound complete out of the series of the

Patent sestimans sines (s copies appear	Fulfishing Free	~~	Police (s = By Astronomy	
EP-A1- 0182441	86-05-28	US-A-	61124537 4604227	86-08-12 86-08-05
•				
	٠			

## フロントページの続き

(51) Int. Cl. 5	識別記号		庁内整理番号	FI
C 1 0 M 105:72				
125:10)				
C10N 10:04				
10:08				
20:00	7	Z	8217 – 4H	
20:06	7	Z	8217-4H	
40:04				

(81) 指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, SN, TD, TG), AT, AU, BB, BG, BR, CA, CH, CS, DE, DK, ES, FI, GB, HU, JP, KP, KR, LK, LU, MG, MN, MW, NL, NO, PL, RO, RU, SD, SE, US

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY 8CALE DOCUMENTS
LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.